

09. 08. 2004

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



REC'D 07 SEP 2004	
WIPO	PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 103 36 086.7

Anmeldetag: 06. August 2003


Anmelder/Inhaber: hte Aktiengesellschaft the high throughput
experimentation company, 69123 Heidelberg/DE

Bezeichnung: Vorrichtung zur Durchführung von katalytischen
Tests

IPC: G 01 N 31/10

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 03. August 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag


Kahle

hte Aktiengesellschaft
the high throughput experimentation company

6. August 2003
H38119 MR/FPR

Vorrichtung zur Durchführung von katalytischen Tests

- 5 Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Durchführung von katalytischen Tests, insbesondere einen Reaktor zur Hochdurchsatz-Testung potenzieller Katalysatoren, welche geeignet ist, durch ihre Skalierbarkeit eine hohe Anzahl von Katalysatoren durch die Anwendung mehrerer (wenigstens zwei) Analysemethoden, vorzugsweise parallel oder schnell sequentiell zu testen.

10

Die bisher aus der Literatur bekannten Reaktoren sind aufgrund ihrer Bauart zum einen nur dazu geeignet, eine begrenzte Anzahl von Katalysatoren parallel oder sequentiell zu testen, zum anderen erfolgt die Testung meist ausschließlich mit nur einer Analysemethode, entweder mit IR-Thermographie oder beispielsweise

- 15 Massenspektrometrie.

- WO 97/32208 beschreibt beispielsweise einen Reaktor für IR-thermographisches Testen von heterogenen Katalysatoren. Dieser Reaktor besitzt ein Saphir-Fenster im Deckel, welches die gleichzeitige thermographische Betrachtung von in diesem Fall lediglich 16 Katalysatoren erlaubt. Das Eduktgas wird durch vier symmetrisch angeordnete Gaseinlässe nahe dem Boden des Reaktors eindosiert. Die vier Gasauslässe sind in ähnlicher Weise angeordnet und befinden sich nahe dem Deckel. Etwa in der Mitte zwischen Gasein- und Gasauslass sind die Katalysatoren platziert. Diese sind frei auf einer Aluminiumoxid-Scheibe angeordnet.

25

Dieser Reaktor ist für die Anwendung von anderen Analysemethoden neben der Thermographie ungeeignet, da die Produkte der einzelnen Katalysatoren nicht

selektiv abgegriffen und analysiert werden können. Darüber hinaus sind die Flussbedingungen an jedem einzelnen Katalysatorpellet nicht hinreichend definiert, um eine detailliertere Analyse des Aktivitätsverhaltens der Katalysatoren vornehmen zu können. Die als Träger für alle Katalysatorpellets genutzte Aluminiumoxid-Scheibe ist bezüglich des Aspektes der Wärme-Eigenabstrahlung (Emissivität) nicht optimal. Geringe Temperaturunterschiede können aufgrund der Emissivitätsunterschiede nicht detektiert werden. Der Anwendungsbereich des Reaktors bleibt somit auf die Untersuchung von Reaktionen, insbesondere sehr exothermen Reaktionen wie z.B. Knallgasreaktionen, beschränkt. Schließlich besteht aufgrund des relativ großen Gasraums bei potenziell explosiven Gemischen die Möglichkeit einer Explosion.

DE 198 09 477 A1 beschreibt einen Reaktor zum Testen von heterogenen Katalysatoren mit hohem Durchsatz. Die Katalysatoren liegen in separaten Kanälen, welche in Form einer Matrix angeordnet sind, und werden gleichzeitig dem Reaktionsgas ausgesetzt. Ein zentraler Gaseinlass für alle Reaktorkanäle ist oben am Deckel des Reaktors angebracht und die Abströme aus jedem Reaktionskanal werden separat zum Boden des Reaktors geleitet und können dort selektiv angesteuert und analysiert werden.

Dieses Reaktormodell ist geeignet, nun im hohen Durchsatz heterogene Katalysatoren mit Analysemethoden wie Gaschromatographie, Massenspektrometrie und anderen bekannten spektroskopischen Verfahren zu testen. Für die Anwendung der Thermographie ist dieser Reaktor ungeeignet, da die Wärmestrahlung der Katalysatoren von außen nicht detektiert werden kann.

Die WO 99/34206 bezieht sich auf einen Reaktor, der dem in der WO 97/32208 beschriebenen Reaktor ähnlich ist. Der Gaseinlass erfolgt von der Seite, ebenso wie der Gasauslass. Die Detektion der Wärmestrahlung der Katalysatorpellets ist

durch ein geeignetes Fenster im Deckel möglich. Als Trägerplattenmaterial für alle Katalysatoren wird hier Schiefer genutzt.

Auch hier ist eine selektive Analyse der durch einen bestimmten Katalysator erzeugten Produkte nicht möglich. Ebenfalls undefiniert sind in diesem Fall die
5 Flussbedingungen am Katalysatormaterial selbst.

Im US-Patent 4,099,923 wird ein monolithischer Parallelreaktor für das automatisierte Testen von Heterogen-Katalysatoren beschrieben. Der Reaktor besteht aus
10 sechs konventionellen Teströhren. Diese Röhren werden automatisch und sequentiell mit Reaktionsgas beschickt. Die Röhren haben einen gemeinsamen Gasauslass, über den das Produktgas zur Online-Analytik geführt wird. Aufgrund des Gaseinlasskonzeptes kann nur ein Katalysator zur selben Zeit dem Eduktgas ausgesetzt werden. Für Katalysatoren, die eine Formierungsphase aufweisen, ist diese
15 Anordnung somit nicht geeignet. Darüber hinaus erlaubt diese Anordnung nur den Einsatz von konventionellen Ventilschaltungen.

Die DE-A 27 14 939 bezieht sich auf einen Rohrbündelreaktor im Industriemaßstab mit modifizierten Gasauslässen. Mit diesen Auslässen kann selektiv ein
20 Produktgas von einem bestimmten Rohr analysiert werden. Weil die Menge an Katalysator-Material sehr groß ist, ist der Reaktor für ein schnelles Katalysator-Testen (Katalysator-Screening) nicht geeignet. Diese Anordnung erlaubt in erster Linie nur eine Qualitätskontrolle. Weiterhin ist eine exakte Temperaturkontrolle nicht möglich, ebenso wenig der Einsatz der Thermographie.

25

In der DD-A 234 941 wird ein Reaktoraufbau mit 7 bis 10 parallelen Kanälen, die durch einen externen Ofen geheizt werden beschrieben. Diese Applikation ist nur für Reaktionen mit geringer Wärmetönung und nicht für den Einsatz der IR-Thermographie geeignet.

Creer, J.G. beschreibt in Appl. Catal. 22 (1986), 85 einen 6-fach-Mikroreaktor, welcher aus zwei Reaktorblöcken besteht, wobei jeder der sechs Kanäle einen Durchmesser von 6 mm aufweist. Jeder Gasabstrom kann separat mit Hilfe der Gaschromatographie analysiert werden. Jedoch ist auch hier der Einsatz der IR-Thermographie nicht möglich.

Demgemäß sind die eben aufgeführten Reaktoren meist aufgrund ihres konstruktiven Aufbaus ungeeignet, eine verhältnismäßig große Anzahl von potenziellen Katalysatoren unter gleichen Bedingungen parallel oder simultan oder unter Anwendung von mehr als einer Analysemethoden zu testen.

Die DE-A 100 12 847.5-52 beschreibt lediglich allgemein eine Vorrichtung zur kombinatorischen Herstellung und Testung von Materialbibliotheken durch Anwendung mindestens zweier Analysemethoden. Bei den dort beschriebenen zur Analyse angewandten Messverfahren handelt es sich vorzugsweise um die IR-Thermographie in Kombination mit beispielsweise der Massenspektrometrie, Gaschromatographie oder anderen Spektroskopiemethoden. Auch mittels dieser Vorrichtung ist es aufgrund fertigungstechnischer Grenzen nicht möglich, eine größere Anzahl von potenziellen Katalysatoren unter gleichen Bedingungen parallel oder simultan zu testen.

Angeichts des vorstehend dargestellten Standes der Technik lag der vorliegenden Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung bereitzustellen, die unter anderem durch ihre Skalier- und Erweiterbarkeit dazu geeignet ist, die gleichzeitige oder subsequeute Testung einer hohen Anzahl von Katalysatoren unter Anwendung einer Kombination mehrerer Analysemethoden zu gestatten.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch eine Vorrichtung zum gleichzeitigen und/oder subsequenten Durchführen von wenigstens zwei katalytischen Tests, mit einem Reaktorelement, welche wenigstens eine Gaseinlasseinheit, eine Pluralität von Reaktionskammern sowie wenigstens eine Restriktionseinheit aufweist. Die wenigstens eine Restriktionseinheit weist eine Pluralität von Kanälen auf, welche derart angeordnet sind, dass wenigstens eine Reaktionskammer mit wenigstens einem Kanal der wenigstens einen Restriktionseinheit in unmittelbaren Kontakt steht.

- 10 Das Reaktorelement, dessen äußere Gestalt grundsätzlich keinen Beschränkungen unterliegt, kann beispielsweise zylinderförmig sein. Bezüglich des Materials des erfindungsgemäß verwendeten Reaktorelements existieren keine besonderen Beschränkungen, solange die verwendeten Materialien der Belastung, welcher das Reaktorelement ausgesetzt ist, standhalten. Vorzugsweise werden Metalle oder
- 15 Metallegierungen, wie z.B. Messing, Aluminium und Edelstähle, wie z.B. solche nach DIN 1.4401, DIN 1.4435, DIN 1.4541, DIN 1.4571, DIN 1.4573, DIN 1.4575, DIN 2.4360/2.4366, DIN 2.4615/2.4617, DIN 2.4800/2.4810, DIN 2.4816, DIN 2.4851, DIN 2.4856, DIN 2.4858, DIN 1.4767, DIN 1.4401, DIN 2.4610, DIN 1.4765, DIN 1.4847, DIN 1.4301 sowie Keramiken eingesetzt. Besonders bevorzugt wird das Reaktorelement aus V2A oder V4A Stahl hergestellt.
- 20

Im Reaktorelement können Ausnehmungen vorgesehen sein, welche denen von optional vorgesehenen Halteelementen in Anzahl, Form und Ausrichtung entsprechen. Zusätzlich zu diesen Ausnehmungen sind in das Reaktorelement weitere

25 Ausnehmungen eingebracht, welche bevorzugt in Form von Bohrungen vorgesehen sind. Durch diese Bohrungen kann der Vorrichtung beispielsweise Gas zugeführt werden. Es ist ebenfalls denkbar, dass durch diese Bohrungen auch Gas abgeführt wird. Diese Ausnehmungen können außerdem mit Ventilen, wie beispielsweise Multiportventile, versehen sein.

Innerhalb des Reaktorelements befindet sich eine Pluralität von Reaktionskammern.

- 5 Der Begriff "Kanal" beschreibt im Rahmen dieser Schrift im allgemeinen eine Verbindung zweier Öffnungen, welche beispielsweise den Durchtritt eines Fluids durch Bereiche des Reaktorelements oder durch das gesamte Reaktorelement erlaubt.

- 10 Ein Kanal kann eine über seine Länge veränderliche Querschnittsfläche oder vorzugsweise eine konstante Kanalquerschnittsfläche aufweisen. Der Kanalquerschnitt kann beispielsweise einen ovalen, runden oder polygonen Umriss mit geraden oder gebogenen Verbindungen zwischen den Eckpunkten des Polygons aufweisen. Bevorzugt ist jedoch ein runder oder gleichseitiger polygonaler Querschnitt. Die Kanäle können einen geraden und/oder einen kurvenförmigen Verlauf
15 aufweisen, vorzugsweise verlaufen sie jedoch entlang einer geraden Längsachse.

- Die Reaktionskammern dienen insbesondere zur Aufnahme der Katalysatorproben. Für diesen Zweck können die Reaktionskammern in allen dem Fachmann dafür bekannten Ausgestaltungen vorliegen. Bevorzugt weisen sie einen runden
20 Querschnitt auf.

- Weiterhin bevorzugt weisen sie spezielle Aufnahmen für die zu testenden Katalysatorproben auf. Diese können beispielsweise Netze aus einem dafür geeigneten
25 Material darstellen, welche es ermöglichen den zu testenden potenziellen Katalysator aufzunehmen.

Die Reaktionskammern stehen ihrerseits vorzugsweise mit wenigstens einem Kanal der Pluralität von Kanälen der wenigstens einen Restriktionseinheit in unmittelbaren Kontakt. Die Restriktionseinheit ihrerseits steht vorzugsweise mit der Abgaseinheit in unmittelbaren Kontakt, so dass die in sie integrierten Kanäle vorzugsweise in wenigstens einem Abgasraum der Abgaseinheit münden.

Die Kanäle der Restriktionseinheit können alle für den Fachmann ersichtlich möglichen Ausgestaltungen und Abmessungen aufweisen, beispielsweise runde, ovale oder auch eckige Querschnitte aller technisch realisierbarer Längen und Breiten.

Bevorzugt weisen die Kanäle der Restriktionseinheit im Rahmen der vorliegenden Erfindung einen runden Querschnitt auf.

In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung können diese Kanäle weiterhin Kapillaren aufweisen, wobei besonders bevorzugt ein Kanal eine Kapillare aufweist und die jeweilige Kapillare an ihrem oberen Ende formschlüssig, d.h. gasdicht, mit dem unteren Ende der jeweiligen Reaktionskammern verbunden ist.

Die Kapillare kann in gerader d.h. gestreckter, gekrümmter oder gewickelter Form innerhalb des Kanals vorliegen.

Die Kapillaren können aus jedem dem Fachmann dafür bekannten Material bzw. auch aus einer Mehrzahl an Materialien bestehen, beispielsweise Edelstahl, Glas, Keramik, Kompositmaterialien, Silica und weitere oxidische Materialien.

Bevorzugt werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung Kapillaren aus Edelstahl verwendet.

Die Kapillaren können die oben für die Kanäle aufgeführten Ausgestaltungen aufweisen, bevorzugt weisen die Kapillaren im Rahmen der Erfindung einen runden Querschnitt auf.

Die formschlüssige, d.h. gasdichte, Verbindung zwischen dem oberen Ende der Kapillare und dem unteren Ende der jeweiligen Reaktionskammer kann durch alle dem Fachmann zu diesem Zweck bekannten Mittel vorgenommen werden, beispielsweise durch Verschraubungen, Nutzung von Klemmrings, Dichtungen und Swagelock-Verschraubungen, Verschweißen, Orbitalverschweißen, Löten sowie Verpressen oder Einpressen.

Durch eine oder mehrere der oben beschriebenen Möglichkeiten der Verbindung zwischen dem oberen Ende der Kapillare und dem unteren Ende der jeweiligen Reaktionskammern ist es möglich, einzelne oder alle Kapillaren austauschbar mit den jeweiligen Reaktionskammern zu verbinden.

Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher die wenigstens eine Kapillare austauschbar mit dem wenigstens einen Kanal der Kanäle verbunden ist.

Ebenso ist es möglich, dass die die Kanäle und gegebenenfalls die Kapillaren aufweisende Restriktionseinheit derart in die Vorrichtung integriert ist, dass sie als Ganzes, d.h. unabhängig von den übrigen Vorrichtungsteilen austauschbar ist.

Die die Austauschbarkeit ermöglichende Verbindung zwischen der Restriktionseinheit und den sich an sie anschließenden Vorrichtungseinheiten kann durch alle dem Fachmann dafür bekannten Mittel vorgenommen werden, beispielsweise die Verbindung der Einheiten durch Verschraubung samt Dichtungen (z.B. Graphit, Teflon, Metall), Verpressen, Klammern, Vernieten, Bonden, Verkleben.

Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher die wenigstens eine Restriktionseinheit unabhängig von den anderen Vorrichtungsbestandteilen austauschbar ist.

10

Ebenfalls möglich ist die Einführung einer im Vergleich zum jeweiligen Kanal im Durchmesser kleineren Kapillare in einen Kanal, wobei hier bevorzugt der Zwischenraum zwischen Innenwandung des Kanals und Außenwandung der Kapillare mittels eines Dichtungsmediums gasdicht abgedichtet werden kann und/oder die Kapillaren an ihrem oberen Ende formschlüssig, d.h. gasdicht, mit dem unteren Ende der jeweiligen Reaktionskammer verbunden ist.

15

In einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in welcher die Kapillaren austauschbar mit den Reaktionskammern verbunden sind, ist es möglich, dass eine Restriktionseinheit in ihrer Geometrie (d.h. ihrer Länge und/oder ihren Querschnitt) gleiche oder unterschiedliche Kapillaren aufweist.

20

In einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ragen die Kapillaren in den wenigstens einen Abgasraum des wenigstens einen Abgaselements hinein und verhindern somit insbesondere eine Reaktion des Produktabstrom mit dem Material des Wärmeverteilers bzw. der Heizeinheit.

25

Die Kanäle, mit oder ohne eingebrachten Kapillaren, welche innerhalb der Restriktionseinheit angeordnet sind, dienen der Durchleitung des Reaktionsgases und der Restriktion.

- 5 Unter Restriktion wird im Rahmen dieser Schrift die Kontrolle des aus den Reaktionskammern abströmenden Reaktionsgases durch die Geometrie der Kanäle bzw. der sich in ihr befindlichen Kapillaren innerhalb der Restriktionseinheit verstanden.

- 10 Somit können die Kanäle bzw. die in ihnen befindlichen Kapillaren innerhalb der Restriktionseinheit zur definierten Reaktionsgasführung eingesetzt werden.

- Über Geometrie der einzelnen Kanäle bzw. der Kapillaren innerhalb der Restriktionseinheit kann der Druckabfall über die jeweiligen Kanäle bzw. die Kapillaren und somit der Druckverlust innerhalb der jeweiligen Reaktionskammern gesteuert werden.
- 15

- Durch eine gleichförmige Geometrie der Kanäle bzw. Kapillaren innerhalb einer Restriktionseinheit, insbesondere den gleichen Querschnitt und die gleiche Länge kann somit ein weitgehend gleicher Druckverlust innerhalb aller Reaktionskammern gewährleistet und dadurch eine Fluidgleichverteilung des Reaktionsgases oberhalb der sich in den Reaktionskammern befindlichen Katalysatorproben erreicht werden.
- 20

- 25 Somit ist es möglich, über eine gleichförmige Geometrie der Kanäle bzw. der Kapillaren innerhalb einer Restriktionseinheit eine weitgehend konstante Einstellung eines bestimmten Drucks innerhalb aller Reaktionskammern während der Reakti-

on der zu testenden Katalysatoren mit dem eingeströmten Reaktionsgas zu gewährleisten.

Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben
5 beschrieben, bei welcher die Pluralität von Kanälen (20) gleiche Geometrie aufweist, wobei die Geometrie wenigstens durch die Länge und den Querschnitt der Kanäle (20) bestimmt ist.

10 Weiterhin betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher wenigstens ein Kanal der Kanäle (20) wenigstens eine Kapillare aufweist.

15 In einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, in welcher die gegebenenfalls austauschbaren mit den jeweiligen Reaktionskammern verbundenen Kapillaren innerhalb einer Restriktionseinheit unterschiedliche Geometrie aufweisen, kann die Einstellung unterschiedlicher Vordrucke innerhalb der Reaktionskammern während der Reaktion der zu testenden Katalysatoren mit dem eingeströmten Reaktionsgas erreicht werden.

20 Dadurch ist es beispielsweise möglich, die Reaktion potenzieller Katalysatoren unter unterschiedlichem Druck oder unter verschiedenen Flüssen parallel oder schnell sequentiell zu testen.

25 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher die Pluralität von Kanälen (20) unterschiedliche Geometrie aufweist, wobei die Geometrie wenigstens durch die Länge und den Querschnitt der Kanäle (20) bestimmt ist.

Die Geometrie der Kanäle bzw. der Kapillaren kann im Rahmen der vorliegenden erfindungsgemäßen Vorrichtung bezüglich des Innendurchmessers der Kanäle bzw. der Kapillaren im Bereich von 1 μm bis 1000 μm ; bevorzugt 25 μm bis 5
400 μm , besonders bevorzugt 50 μm bis 150 μm , bezüglich der Länge der Kanäle bzw. der Kapillaren im Bereich von 0,01 cm bis 200 m, bevorzugt 0,1 cm bis 100 m, besonders bevorzugt 5 cm bis 20 m, liegen.

10 Selbstverständlich ist jede denkbare Kombination aus Innendurchmesser und Länge als Geometrie eines Kanals bzw. einer Kapillare möglich.

Die Geometrie eines Kanals und der sich in ihm gegebenenfalls befindlichen Kapillare kann selbstverständlich unterschiedlich sein.

15 Ebenso ist es somit möglich, Reaktionen unter Druck durchzuführen, beispielsweise petrochemische Reaktionen wie die Fischer-Tropsch-Synthese, Cracking, GTL (gas to liquid-Reaktionen) und Isomerisierungs-Reaktionen.

20 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, welche derart ausgestaltet ist, dass die Reaktionen der zu testenden Katalysatoren mit dem eingeströmten Reaktionsgas innerhalb der Reaktionskammern unter einem Überdruck in einem Bereich von 1 bis 100 bar, bevorzugt 10 bis 1 bar, besonders bevorzugt 50 bis 750 mbar durchführbar sind.

25 Grundsätzlich bestehen bezüglich der Geometrie und den Abmessungen der Reaktionskammern keine Beschränkungen. Sie können alle die gleich oder unterschiedliche Geometrie und Abmessungen aufweisen.

Im Allgemeinen werden die Abmessungen der Reaktorkammern so gewählt, dass die Gefahr einer Explosion durch Vermischungseffekte auch bei potenziell explosiven Gasmischungen sowie bei Reaktionen unter Druck weitgehend ausgeschlossen werden kann und somit ein sicheres Arbeiten mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung gewährleistet ist.

10 In einer bevorzugten Ausführungsform fällt die Geometrie der Reaktionskammern unter den in dieser Schrift ausgeführten allgemeinen "Kanal"- Begriff.

Der Innendurchmesser der Reaktionskammern kann im Rahmen der vorliegenden erfindungsgemäßen Vorrichtung in einem Bereich von 0,1 bis 1000 mm, bevorzugt 1 bis 50 mm, weiterhin besonders 4 bis 10 mm betragen

15 Die Länge der Reaktionskammern kann im Rahmen der vorliegenden erfindungsgemäßen Vorrichtung in einem Bereich von 0,1 bis 100 mm, bevorzugt 1 bis 50 mm, weiterhin besonders bevorzugt 10 bis 30 mm liegen.

20 Durch eine erfindungsgemäß mögliche Ausführungsform der Kanäle bzw. Kapillaren innerhalb der Restriktionseinheit kann eine weitgehende Fluidgleichverteilung auch ohne die absolute Uniformität der zu testenden Katalysatoren gewährleistet werden. Folglich können neben den üblichen Ausgestaltungen der zu testenden Katalysatoren wie kompakte Formkörpern, welche eine Abmessung im Bereich von $0,001$ bis 10 cm^3 , bevorzugt im Bereich von $0,01$ bis $1,0 \text{ cm}^3$ besonders bevorzugt $0,05$ bis $0,5 \text{ cm}^3$ aufweisen, mittels einer erfindungsgemäßen Vorrichtung auch Katalysatoren in Pulver- oder Granulatform beliebiger Größe getestet werden.

Erfindungsgemäß weist die Vorrichtung eine einseitig an das Reaktorelement angrenzende IR(infrarot)-transparente Abdeckung auf, welche die Reaktionskammern einseitig auf der der Restriktionseinheit gegenüberliegenden Seite begrenzt.

- 5 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung, welche wenigstens eine IR-transparente Abdeckung aufweist.

10 Diese IR-transparente Abdeckung ist vorzugsweise scheibenförmig und kann auch mehrteilig gestaltet sein. Solche mehrteiligen Gestaltungen können als Pluralität von kleineren Abdeckungen vorliegen.

Die Dicke der IR-transparente Abdeckung kann im Rahmen der vorliegenden erfindungsgemäßen Vorrichtung in einem Bereich von 1 μm bis 10 cm, bevorzugt in einem Bereich von 10 μm bis 1000 μm , besonders bevorzugt in einem Bereich von 200 bis 800 μm , liegen.

20 Als Materialien können grundsätzlich alle IR-transparenten Materialien verwendet werden, bevorzugt kommen jedoch Saphir, Zinksulfid, Bariumdifluorid, Natriumchlorid und/oder Silizium (beispielsweise in Form eines Silizium-Wafer) zum Einsatz.

Durch einen solchen Vorrichtungsaufbau ist es möglich, die Thermokamera außerhalb des Reaktorelements und somit isoliert von den Reaktionsbedingungen anzuordnen.

25

Besonders bevorzugt wird als IR-transparente Abdeckung der Pluralität von Reaktionskammern gegenüber einer Thermokamera ein Silizium-Wafer bzw. eine Saphirscheibe verwendet.

5 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher als IR-transparente Abdeckung ein Silizium-Wafer zwischen der Pluralität von Reaktionskammern und wenigstens einer Thermokamera angeordnet ist.

10 Zwischen dem Reaktorelement und der IR-transparenten Abdeckung weist die erfindungsgemäße Vorrichtung mindestens eine Maske auf, die eine gleichmäßige IR-Emissivität hat. Diese Maske wird vorzugsweise von einer im Reaktorelement vorgesehenen Ausnehmung aufgenommen.

15 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, welche wenigstens eine Maske mit einer gleichmäßigen IR-Emissivität aufweist.

20 Um eine ausreichende Fluid-Dichtheit zwischen Reaktorelement, Maske und IR-transparenter Abdeckung zu gewährleisten, können zusätzlich zwischen Reaktorelement und Maske und/oder zwischen Reaktorelement und IR-transparenter Abdeckung und/oder zwischen Maske und IR-transparenter Abdeckung Dichtungen vorgesehen werden. Bezüglich des Dichtungsmaterials wird auf die oben bereits beschriebenen Materialien im Zusammenhang mit den Dichtungselementen
25 zur Isolierung der Reaktionskammern gegeneinander verwiesen.

Diese Maske kann grundsätzlich jedoch aus allen dafür geeigneten Materialien bestehen, welche annähernd die Eigenschaften eines "schwarzen Strahlers"

(schwarzen Körpers) aufweisen und somit Temperaturartefakte aufgrund von Emissivitätsunterschieden verhindern. Beispielfhaft seien hier noch β -Si₃N₄ und Graphit genannt.

- 5 Bevorzugt wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung Schiefer als Maskenmaterial verwendet.

- 10 Diese Schiefermaske dient vorzugsweise dazu, Temperaturartefakte aufgrund von Emissivitätsunterschieden zu verhindern, welche meist durch sich aufheizende Vorrichtungselemente verursacht werden. Diese unerwünschte Wärmestrahlung könnte die eigentlich beabsichtigte Messung der Temperaturunterschiede zwischen Katalysatormaterial und Umgebung bzw. inaktiven Materialien durch Überlagerung verfälschen.

- 15 Die Öffnungen in der Schiefermaske entsprechen in Anzahl, Querschnitt und Ausrichtung bevorzugt denen der Reaktionskammern.

- 20 In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weisen die Öffnungen der Schiefermaske runde Querschnitte auf. Besonders bevorzugt wird der Durchmesser der in Rede stehenden Öffnungen kleiner als der Durchmesser der Reaktionskammeröffnungen gewählt, um die durch das möglicherweise von der Thermokamera ebenfalls erfasste Material der Reaktionskammern (aus z.B. Edelstahl) hervorgerufenen Temperaturartefakte aufgrund von Emissivitätsunterschieden weitgehend zu vermeiden.

25

Die Maske ist vorzugsweise zwischen den Reaktionskammern und der Thermokamera angeordnet, wobei auch der Einsatz mehrerer gleicher oder voneinander verschiedener Thermokameras denkbar ist.

- Bei der Thermokamera handelt es sich vorzugsweise um eine oder mehrere IR-Thermokameras, mit welchen der resultierende Temperaturunterschied zwischen aktiven Materialien und ihrer Umgebung bzw. inaktiven Materialien orts aufgelöst bestimmt werden kann. Die Messergebnisse der Thermokamera können beispielsweise mittels einer Datenverarbeitungsanlage bzw. eines Computers, welche Bestandteile einer Analyseneinheit der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist, so aufbereitet werden, dass eine Auflösung einzelner Reaktionskammern möglich ist.
- 10 Die Produktabströme einzelner Reaktionskammern können dann, vorzugsweise im Anschluss an die Auswertung der Messergebnisse der Thermokamera, einer weiteren Analyse unterworfen werden, beispielsweise Massenspektrometrie, Gaschromatographie, Raman-Spektroskopie und Fouriertransformations-(FT-IR)-Spektroskopie einzeln oder in Kombination von zwei oder mehr dieser Analyse-
- 15 methoden. Bevorzugt kommen jedoch Massenspektrometrie und/oder Gaschromatographie zur Anwendung. Weitere sinnvolle Analysekombinationen sind IR-Thermographie/GC-MS, IR-Thermographie/Raman-Spektroskopie, IR-Thermographie/dispersive FT-IR-Spektroskopie, Farbdetektion mit chemischem Indikator/MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/GC-MS, Farbdetektion mit chemischem Indikator/dispersive FT (FourierTransform)-IR-Spektroskopie, elektronische oder elektrochemische Sensoren und andere mehr. Weitere Details zu kombinierten Analysemethoden sind der DE-A 100 12 847.5 zu entnehmen.
- 20

- Mit Hilfe der Datenverarbeitungsanlage als Bestandteil der Analyseneinheit der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann außerdem eine Korrektur der erzielten Messergebnisse bezüglich der auftretenden Hintergrundstrahlung unter Reaktionsbedingungen vorgenommen werden. Details hierzu sind in der WO 99/34206 beschrieben.
- 25

Weiterhin weist die Vorrichtung wie oben beschrieben wenigstens eine Gaseinlasseinheit auf. Bezüglich der Ausführung der wenigstens einen Gaseinlasseinheit bestehen keine Beschränkungen, solange das durch sie einströmende Gas in den Gasraum über der Pluralität der Reaktionskammern geführt wird.

5

Bevorzugt wird das Gas derart eingeführt, dass es sich gleichmäßig, besonders bevorzugt gleichmäßig und gleichzeitig über sämtliche Reaktionskammern verteilt.

10 Demgemäß ist in einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung die wenigstens eine Gaseinlasseinheit derart angeordnet, dass das einströmende Gas radial in den Gasraum verteilt wird.

15 In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung weist die Gaseinlasseinheit einen Gasring auf, welcher neben wenigstens einem Gaszufuhrelement durch welches das Gas dem Gasring zugeführt wird eine beliebige Zahl an Gaseinlasselementen aufweist, mittels derer das Gas radial in den Gasraum über den Reaktionskammern eingeführt werden kann.

20 In einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist die Gaseinlasseinheit einen Gasring auf, welcher neben dem wenigstens einen Gaszufuhrelement, durch welches das Gas dem Gasring zugeführt wird, weiterhin 1 bis 100, bevorzugt 2 bis 25, besonders bevorzugt 4 bis 15 Gaseinlasselemente, beliebig bevorzugt jedoch gleichmäßig über den Gasring verteilt aufweist.

25

Gaseinlasselemente können beispielsweise am oder im Gasring befindliche röhrenförmige Gebilde, aber auch Ausnehmungen im Gasring aller dem Fachmann in

diesem Zusammenhang bekannten Art, wie Kanäle im allgemeinen Sinne der vorliegenden Schrift sein.

5 In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist der Gasring 12 gleichmäßig verteilte Bohrungen, welche in bevorzugte Weise konzentrisch ausgeführt sind auf.

10 In einer besonders bevorzugten Ausführungsform weist der Gasring ein Gaszufuhrelement und eine beliebige Anzahl von Gaseinlasselementen auf, wobei beide Elemente einen runden Querschnitt aufweisen und wobei die Summe der Durchmesser der Gaseinlasselemente kleiner oder gleich dem Durchmesser des Gaszufuhrelements ist.

15 Weiterhin können alle Gaseinlasselemente einzeln oder gemeinsam, nacheinander oder gleichzeitig mit Gas beschickt werden, Mittel zur Dosierung der Gasmenge sowie Mittel zum Heizen und/oder Kühlen des durch sie strömenden Gases aufweisen.

20 Bezüglich der für den Gasring sowie die Gaselemente möglichen Materialien bestehen keine Beschränkungen solange sich das gewählte Material inert gegenüber dem mit ihm in Kontakt tretendem Gas verhält. Für den Gasring können die gleichen Materialien verwendet werden, welche im Rahmen dieser Schrift schon für die Verwendung für das Reaktorelement aufgeführt wurden, vorzugsweise Metalle oder Metallegierungen, besonders bevorzugt Edelstähle.

25

Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher die wenigstens eine Gaseinlasseinheit, derart angeordnet

ist, dass das einströmende Gas radial in den Gasraum über der Pluralität von Reaktionskammern verteilt wird.

Die Gasauslasseinheit der erfindungsgemäßen Vorrichtung kann wie die eben
5 beschriebene Gaseinlasseinheit beschaffen und ausgestaltet sein mit lediglich dem funktionellen Unterschied, dass durch sie das Gas aus dem Abgasraum abgeführt wird. Das Abführen des Abgasstroms kann auf alle dem Fachmann dafür bekannten Arten erfolgen, beispielsweise das Absaugen durch die Erzeugung von Unterdruck, das Abführen durch Anlegen eines Überdrucks innerhalb des Reaktorelements, bevorzugt innerhalb der Abgaseinheit.
10

Ebenso ist es jedoch möglich, dass sich Gaseinlass- und Gasauslasseinheit in ihrer Beschaffenheit und ihrem Aufbau unterscheiden.

15 Weiterhin weist das Reaktorelement wenigstens eine Heizeinheit auf. Durch die wenigstens eine Heizeinheit wird das Reaktorelement der erfindungsgemäßen Vorrichtung auf geeignete Weise geheizt.

Die wenigstens eine Heizeinheit kann in Ausnahmen direkt am Reaktorelement angebracht oder vorzugsweise Bestandteil der Restriktionseinheit sein.
20

Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher wenigstens eine Restriktionseinheit wenigstens eine Heizeinheit aufweist.

25

Bevorzugt ist die wenigstens eine Heizeinheit derart innerhalb der Restriktionseinheit integriert, so dass, sie Ausnahmen aufweist, welche vorzugsweise der

Anzahl, der Position und der Richtung der von den Reaktionskammern abgehenden Kanäle innerhalb der Restriktionseinheit entsprechen.

5 Bezüglich der Ausführung der Heizeinheit bestehen keine Beschränkungen, solange es für eine ausreichende Erwärmung des Reaktorelements geeignet ist. Die wenigstens eine Heizeinheit kann aus dem Fachmann bekannten Heizelementen bestehen, beispielsweise Heizdrähte, Heizwendeln, Heizpatronen oder zum Heizen geeignete Kanäle, welche mit Wärmeträgermedien wie Gasen, Flüssigkeiten, Lösungen oder Schmelzen beschickt werden können.

10

Ebenfalls ist es möglich, dass sowohl die Gaseinlass- als auch die Gasauslassseinheit wenigstens eine Heizeinheit aufweisen, durch welche das ein- bzw. ausströmende Reaktionsgas geheizt werden kann.

15 Dabei kann das in das Reaktorelement einströmende Reaktionsgas durch die sich in der Gaseinlassseinheit befindliche wenigstens eine Heizeinheit schon vorgeheizt werden und sodann im Reaktorelement auf Reaktionstemperatur gebracht werden. Ebenso ist es jedoch möglich, dass das einströmende Reaktionsgas ausschließlich durch das beheizte Reaktorelement auf Reaktionstemperatur gebracht wird.

20

Der Vorteil, das Reaktionsgas erst innerhalb des Reaktorelements auf die endgültige Reaktionstemperatur aufzuheizen, besteht zum einen darin, dass eine unerwünschte Reaktion des Reaktionsgases mit Materialien, welche mit dem Reaktionsgas auf seinem Weg bis in die Reaktionskammer in Kontakt stehen, vermieden wird und zum anderen darin, dass durch die Länge der Gaszuführung im Zusammenhang mit der Heizleistung der Heizeinheit eine gezielte Erwärmung des Reaktionsgases dahingehend vorgenommen werden kann, dass erst mit Eintritt des

25

Reaktionsgases in die Reaktionskammer oder kurz zuvor die Reaktionstemperatur erreicht wird und somit nur die Katalysatorprobe mit dem Reaktionsgas reagiert.

Bei den sich innerhalb der Heizeinheit befindlichen Heizelementen handelt es sich vorzugsweise um eine oder mehrere elektrische Heizwendeln. Ebenfalls denkbar wären von geheiztem Fluid durchströmte Kanäle, deren Anordnung der der Heizelemente entspricht oder beispielsweise der Einsatz von Heizpatronen oder auch eine aktive Wärmezuführung von außerhalb des Reaktorelements angeordneten Heizelementen der Heizeinheit.

10

Als Material für die die wenigstens eine Heizeinheit aufweisenden Heizelemente kommt bevorzugt Messing zur Anwendung.

Die die Heizeinheit aufweisenden Heizelemente werden innerhalb der Restriktionseinheit bevorzugt zwischen einer Matrix von Ausnehmungen angeordnet. Die Ausnehmungen entsprechen dabei vorzugsweise der Anzahl der in der Restriktionseinheit vorhanden von der Reaktionskammern abgehenden Kanäle.

Die Heizelemente liegen innerhalb der Heizeinheit dabei bevorzugt in Nuten mit beispielsweise U-förmigem Querschnitt. Der Nutquerschnitt ist dabei so dimensioniert, dass er bevorzugt dem der Heizelemente ähnlich ist, so dass nach Einlegen der Heizelemente in die Nuten, die Heizelemente nicht über die Oberfläche der Heizeinheit hervorstehen. Besonders bevorzugt liegen die Heizelemente in mäanderförmigen Ausnehmungen, welche sich symmetrisch um die vertikalen Ausnehmungen (Kanäle) erstrecken, da diese Anordnung eine weitgehend gleichmäßige Wärmeverteilung ermöglicht.

20

25

Zur gleichmäßigen Wärmeverteilung ist es auch möglich, dass die Heizeinheit wenigstens einen Wärmeverteiler aufweist. Dieser kann beispielsweise in Form einer dünnen Scheibe auf nur einer, mehreren oder allen Außenseiten der Heizeinheit angebracht sein. Bevorzugt wird ein Wärmeverteiler wenigstens auf der
5 den Reaktorkammern zugewandten Seite angebracht und dient so zur gleichmäßigen Wärmeverteilung der von den Heizelementen der Heizeinheit übertragenen Wärme auf die Reaktionskammern im Reaktorelement.

10 In einer weiteren Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird bevorzugt eine Heizeinheit verwendet, innerhalb derer bevorzugt wenigstens zwei gleiche oder verschiedene Heizelemente verwendet werden, welche bevorzugt in einer Ebene angeordnet sind. Besonders bevorzugt werden die Heizelemente dabei derart angeordnet, dass ein Heizelement gegenüber dem anderen um vorzugsweise 90 Grad gedreht ist.

15

Der den Reaktorkammern zugewandte Wärmeverteiler weist bevorzugt Ausnehmungen auf, welche vorzugsweise der Anzahl, der Position und der Richtung der von den Reaktionskammern vertikal abgehenden Kanäle innerhalb der Restriktionseinheit entsprechen. Der Wärmeverteiler besteht bevorzugt aus einem Material
20 mit hoher Wärmeleitfähigkeit, wie beispielsweise Messing, Kupfer, Stahl oder Eisen.

Weiterhin weist die erfindungsgemäße Vorrichtung wenigstens eine Gasauslass-
einheit auf, welche bevorzugt mit der wenigstens einen Abgaseinheit in direktem
25 Kontakt steht.

Bezüglich der Ausführung der wenigstens einen Gasauslasseinheit bestehen keine Beschränkungen, solange durch sie das sich im Abgasraum angesammelte Gas aus dem Reaktorelement ausgeführt werden kann.

Im Allgemeinen ist die Gasauslasseinheit weitgehend analog zur oben beschriebenen Gaseinlasseinheit aufgebaut, unter der Bedingung, dass durch sie das Gas aus dem Abgasraum abgeführt und nicht zugeführt wird.

5

Somit weist die Gasauslasseinheit einen Gasring auf, welcher neben wenigstens einem Gasabfuhrelement eine beliebige Anzahl an Gasauslasselementen aufweist, welche analog zu den oben beschriebenen Gaseinlasselementen der Gaseinlasseinheit angeordnet sein können.

10

In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist die wenigstens eine Gasauslasseinheit derart angeordnet, dass das ausströmende Gas radial über den wenigstens einen Abgasraum abgeführt werden kann.

15 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, bei welcher die wenigstens eine Gasauslasseinheit derart angeordnet ist, dass das sich im Abgasraum (42) befindliche Gas radial aus dem wenigstens einen Abgasraum abgeführt wird.

20 Die wenigstens eine Abgaseinheit grenzt einseitig an die Restriktionseinheit und dient der Zusammenführung der einzelnen Reaktionsgasströme (Reaktionsgas von den einzelnen Reaktionskammern kommend) in wenigstens einem Abgasraum.

25 Die Abgaseinheit sowie der Abgasraum können aus allen dem Fachmann dafür bekannten Werkstoffen gefertigt werden, beispielsweise aus den im Rahmen dieser Schrift für das Reaktorelement aufgeführten Materialien, bevorzugt jedoch aus Stahl, besonders bevorzugt aus V2A bzw. V4A Stahl.

Erfindungsgemäß weist die Vorrichtung eine Abgaseinheit mit einer Pluralität von Membranen auf, sowie mindestens eine positionierbare Sonde, wie z.B. eine Kapillare, Kapillarsystem oder ein positionierbares Sensorelement.

5

Mit einer solch positionierbaren Sonde ist es möglich, durch eine Membran, bzw. bei Verwendung mehrerer positionierbarer Sonden, durch mehrere Membranen hindurch selektiv auf den Produktabstrom eines einzelnen Kanals zuzugreifen und im Anschluss die Produkte mit einer oder mehreren Analysenmethoden zu analysieren.

10

Demgemäß betrifft die Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, welche wenigstens eine Abgaseinheit mit einer Pluralität von Membranen aufweist.

15

Weiterhin betrifft die Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben beschrieben, welche mindestens eine positionierbare Sonde aufweist.

20

Ebenfalls denkbar ist auch der direkte Zugriff mit einer Sonde auf einen Produktabstrom ohne eine Membran, wenn die Sonde mit anderen geeigneten Mitteln gasdicht an einem einzelnen Kanal angeschlossen werden kann. Auch ist es möglich, dass die Sonde in ein Auslasselement, welches sich an der Abgaseinheit zugewandten Seite des wenigstens einen Kanals befindet, eingeführt werden kann und es so möglich ist, das jeweilige Abgas direkt aus dem wenigstens einen Kanal zu entnehmen. Dies ist auch möglich, wenn der wenigstens eine Kanal wenigstens eine Kapillare beliebigen Innendurchmessers aufweist, da das Auslasselement speziell für das Einführen einer Sonde passend dimensioniert ist und die Kapillare mit ihrem der Abgaseinheit zugewandten Ende in den dem wenigstens einen Kanal zugewandten Teil des Auslasselements mündet.

25

30

Des weiteren können auch gleichzeitig mehrere Sonden für mehrere Produktabströme zum Einsatz kommen, welche entsprechend der Auswertung der IR-Thermographie zur weiteren Analyse an die Kanäle verfahren werden, welche mit Reaktionskammern mit besonders aktiven Katalysatoren verbunden sind.

5

Die Positionierbarkeit der Sonden erfolgt dabei bevorzugt in zwei Richtungen, besonders bevorzugt jedoch in drei Richtungen. Um eine noch effektivere Analyse der einzelnen Produktabströme zu erreichen, können auch mehrere Sonden für einen Produktabstrom eines Kanals vorgesehen werden. Damit kann eine zeitglei-

10 che Analyse des Produktabstroms eines Kanals mit mehreren verschiedenen Analysemethoden erfolgen, beispielsweise Massenspektrometrie, Gaschromatographie, GC-MS, Raman-Spektroskopie, Infrarot-Spektroskopie, UV-VIS-Spektroskopie, NMR-, Fluoreszenz-, ESR-, NMR- und ESR-Tomografie und Mösbauer-Spektroskopie.

15

Weitere sinnvolle Analysekombinationen sind IR-Thermographie/GC-MS, IR-Thermographie/Raman-Spektroskopie, IR-Thermographie/dispersive FT-IR-Spektroskopie, Farbdetektion mit chemischem Indikator/MS, Farbdetektion mit

20 chemischen Indikator/GC-MS, Farbdetektion mit chemischen Indikator/dispersive FT-IR-Spektroskopie, Analyse mit elektronischen oder elektrochemischen Sensoren und andere mehr.

25 Die positionierbare Sonde ist bevorzugt durch Verbindungsmittel mit der Analyseneinheit verbunden.

Diese Analyseneinheit kann sowohl ein Analysegerät als auch mehrere Analysegeräte, wie beispielsweise Massenspektrometer und Gaschromatograph, aufwei-

30 sen. Bei den Verbindungsmitteln in diesem Zusammenhang handelt es sich bevor-

zugt um Rohrleitungen, Schläuche aus beispielsweise Kapton, PE-Kapillaren, Glaskapillaren und/oder Quarzkapillaren sowie Teflon-Kapillaren und/oder Kapillaren aus Edelstählen, welche die Funktion haben, den Produktabstrom, oder einen Teil davon, an die Analyseneinheit weiterzuleiten.

5

Als Verbindungsmittel kann auch ein Kapillarbündel vorgesehen sein, welches den Abstrom, oder einen Teil davon, von einer oder mehreren positionierbaren Sonden zu mehreren Analyseneinheiten weiterleitet. Ebenso ist es möglich, dass nicht nur mehrere einzelne positionierbare Sonden vorgesehen sind, sondern dass eine positionierbare Sonde ein Kapillarbündel aufweist, wobei die Kapillaren innerhalb des Bündels der positionierbaren Sonde mit einem Verbindungsmittel, ebenfalls in Form eines Kapillarbündels, verbunden sind, um den Abstrom aufgeteilt auf die einzelnen Kapillaren des Bündels, vorzugsweise an jeweils verschiedene Analyseneinheiten weiterzuleiten. Dabei ist bevorzugt jeweils eine Kapillare des Kapillarbündels mit jeweils einer Analyseneinheit verbunden.

Die positionierbare Sonde ist vorzugsweise mit einer Steuerung/Regelung verbunden, welche an eine Datenverarbeitungsanlage oder einen Computer angeschlossen ist. Diese Datenverarbeitungsanlage wertet die Messergebnisse von vorzugsweise einer Thermokamera aus und verfährt dementsprechend über die Steuerung/Regelung die positionierbare Sonde an die Kanäle innerhalb der Restriktionseinheit, welche mit solchen Reaktionskammern verbunden sind, in denen wiederum aktive Katalysatoren durch die Thermokamera identifiziert wurden. Somit ist eine effektive Testung möglich, indem nur Produktabströme von aktiven Katalysatoren weiter analysiert werden.

Eine weitere Steigerung der Effektivität lässt sich beispielsweise durch Einsatz mehrerer positionierbarer Sonden bzw. durch parallele Analyse mit mehreren Analysenmethoden erreichen. Ebenfalls denkbar ist der Einsatz mehrerer Ther-

mokameras, wobei eine noch feinere Auflösung der Temperaturunterschiede zwischen Katalysatormaterial und Umgebung bzw. inaktiven Materialien möglich ist.

Die Membranen können als einfache Lochmaske vorgesehen sein. Weiterhin kann
5 die Lochmaske mit einem oder mehreren Septen oder mit Mitteln zum Öffnen und
Schließen der einzelnen Löcher, beispielsweise ähnlich einer Kamerablende, ver-
sehen sein. Als Membranmaterial kommen beispielsweise Silikonsepten oder
auch temperaturbeständige Kunststoffe wie beispielsweise Kapton oder Teflon in
Betracht.

10

In einer bevorzugten Ausführungsform sind die Membranen der Abgaseinheit als
einfachen Lochmaske ausgestaltet, wobei vorzugsweise zusätzlich eine Pumpe
vorgesehen sein kann, um beispielsweise seitlich oder radial über die Gasauslass-
einheit einen Unterdruck in der Abgaseinheit zu erzeugen. Durch eine derartige
15 Ausführung kann somit weitgehend sicherzustellen, dass kein Reaktionsgas un-
kontrolliert austreten kann.

20

Zur selektiven Analyse von gasförmigen Substanzen aus den jeweiligen Reakti-
onskammern kann die erfindungsgemäße Vorrichtung wenigstens ein Multiport-
ventil aufweisen.

25

Mit Hilfe eines oder mehrerer Multiportventile lässt sich beispielsweise der Pro-
duktabstrom eines Reaktionskanals auf mehrere Analyseapparaturen verteilen.
Auch das Zusammenfassen ausgewählter Produktabströme ist somit möglich. Da-
bei können die einzelnen Abströme von einzelnen, mehreren oder allen Kanälen
separat abgeleitet und über eine Ventilschaltung anschließend separat analysiert
werden.

Der Zusammenhalt der einzelnen Bestandteile der erfindungsgemäßen Vorrichtung wie oben beschrieben, kann beispielsweise durch Halte- und/oder Verbindungsmittel sichergestellt werden.

5 Bei den Halteelementen handelt es sich vorzugsweise um ringförmige Drehteile, wobei beispielsweise ein oberes Halteelement auf der einen Seite der Vorrichtung die transparente Abdeckung fixiert und auf der anderen Seite beispielsweise ein unteres Halteelement bevorzugt zur Aufnahme der Verbindungselemente dienen kann.

10

Bezüglich des Materials der verwendeten Halteelemente existieren keine besonderen Beschränkungen, solange die verwendeten Materialien der Belastung, welcher die Halteelemente ausgesetzt sind, standhalten. Vorzugsweise werden Metalle oder Metallegierungen, wie z.B. Messing, Aluminium und Edelstähle, wie z.B. 15 solche nach DIN 1.4401, DIN 1.4435, DIN 1.4541, DIN 1.4571, DIN 1.4573, DIN 1.4575, DIN 2.4360/2.4366, DIN 2.4615/2.4617, DIN 2.4800/2.4810, DIN 2.4816, DIN 2.4851, DIN 2.4856, DIN 2.4858, DIN 1.4767, DIN 1.4401, DIN 2.4610, DIN 1.4765, DIN 1.4847 sowie DIN 1.4301, eingesetzt. Besonders bevorzugt kommt V2A oder V4A Stahl zur Anwendung. Ebenfalls denkbar ist der Einsatz von Keramiken. Beide Halteelemente weisen Ausnehmungen, vorzugsweise 20 in Form von Durchgangsbohrungen, vorzugsweise zur Aufnahme der Verbindungselemente auf.

Das obere Halteelement dient insbesondere der Fixierung eines IR-durchlässigen 25 Materials, vorzugsweise in Form einer Scheibe. Die Auswahl der Materialien für diese Scheibe unterliegt keinen Beschränkungen, solange die ausgewählten Materialien in den gewünschten Abmessungen herstellbar und IR-transparent sind. Die Scheibe, vorzugsweise ein Silizium-Wafer, dient vorliegend somit insbesondere als IR-transparentes Fenster, wobei auch andere Materialien wie beispielsweise 30 Saphir, Zinksulfid, Bariumdifluorid und Natriumchlorid, Al_2O_3 , CaF_2 , Si, Ge,

GaAs, CdTe, ZnSe, Quarzglas, KRS-S, IKS-Materialien sowie IG-Materialien verwendet werden können. Bevorzugt kommt jedoch Saphir und besonders bevorzugt Silizium zum Einsatz. Auch eine Kombination aus den genannten Materialien kann eingesetzt werden. Die besonders bevorzugt als Silizium-Wafer ausgebildete Scheibe grenzt einerseits an das obere Halteelement und andererseits an das Reaktorelement.

Das obere Halteelement, als optionales Element der Vorrichtung vorgesehen, kann weiterhin beispielsweise zur Abdichtung dienen und/oder über Winkel/Schrägung, unerwünschte Infrarot-Reflektionen für bestimmte Thermokamerepositionen verhindern. Durch eine solche Ausführungsform werden beispielsweise Rückkopplungen vermieden.

Den Abschluss der Vorrichtung auf der dem oberen Halteelement gegenüberliegenden Seite bildet das untere Halteelement. Es ist mit der Abgaseinheit verbunden und gewährleistet zusammen mit dem oberen Halteelement eine gasdichte Verbindung aller dazwischen liegenden Einheiten. Der Zusammenhalt wird dabei vorzugsweise durch Schraubverbindungen sichergestellt.

Die Dichtigkeit zwischen den einzelnen Einheiten wird durch Aneinandergrenzen von jeweils polierten Oberflächen erreicht, welche, wenn notwendig zusätzlich mit Graphit abgedichtet werden können. Die Funktion des unteren Halteelements kann auch von der Abgaseinheit übernommen werden, wobei die wichtigsten Funktionen des unteren Halteelements dann im Abgaselement integriert sind.

25

Das untere Halteelement hat hauptsächlich die Funktion die Abgaseinheit zu fixieren und gegebenenfalls Elemente von Analyseinrichtungen aufzunehmen. Au-

ßerdem kann ihm zusammen mit dem oberen Halteelement eine Haltefunktion der übrigen Vorrichtungseinheiten zukommen.

Das untere Halteelement, ebenfalls als optionales Element der Vorrichtung, kann
5 weiterhin beispielsweise als Dichtung, zur Gasabsaugung (z. B. radiale Gasabsaugung), als Kapillarführung sowie zur Positionierung eines Rasters zur Bilderken-
nung, beispielsweise der einzelnen Löcher, verwendet werden.

10 Als Verbindungselemente kommen bevorzugt Schrauben und Muttern zum Ein-
satz. Weiterhin können auch andere Spannelemente wie Spannfedern oder Ver-
bindungselemente an den vorzugsweise ringförmigen Komponenten ähnlich oder
in Form eines Bajonettverschluss verwendet werden. selbstverständlich ist eine
Kombination verschiedener Verbindungselemente innerhalb der erfindungsgemä-
ßen Vorrichtung möglich.

15

Eine weitere Möglichkeit, die einzelnen Einheiten miteinander zu verbinden be-
steht darin, alle Bestandteile in ein gemeinsames Gestell einzupressen.

20 Aufgrund der baulichen Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung wie
oben ausgeführt ist diese durch ihre beliebige Skalier- und Erweiterbarkeit beson-
ders geeignet eine hohe Anzahl von Katalysatoren parallel oder sequentiell zu
testen.

25 Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch eine Vorrichtung wie oben
beschrieben, welche geeignet ist eine Anzahl von 50 bis 1000, bevorzugt eine
Anzahl von 100 bis 5000, besonders bevorzugt eine Anzahl von 150 bis 1000 po-
tenziellen Katalysatoren parallel oder sequentiell zu testen.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung wird bevorzugt zur Durchführung von katalytischen Tests insbesondere zur Analyse mit Infrarot-Thermographie und mindestens einer weiteren Analysemethode verwendet. Eine derartige

5 Durchführung von katalytischen Tests mittels zweier verschiedener Analysenmethoden wird z.B. in der DE-A 10012847.5 beschrieben, auf die bezüglich weiterer Details verwiesen wird. Besonders bevorzugt wird die Vorrichtung zum Testen von heterogenen Katalysatorsystemen als Bausteine einer Materialbibliothek, insbesondere metallorganischen Systemen, organischen

10 Substanzen, wie z.B. pharmakologischen Wirkstoffen, Polymeren, Composit-Materialien, insbesondere solche aus Polymeren und anorganischen Materialien, verwendet. Prinzipiell ist das erfindungsgemäße Verfahren auch auf alle Bereiche der Technik, in denen Formulierungen, also Zusammensetzungen mit mehr als einem Bestandteil, hergestellt und auf ihre nützlichen Eigenschaften untersucht

15 werden anwendbar. Anwendungsbereiche außerhalb der Materialforschung sind z.B. Arzneimittelformulierungen, Formulierungen von Nahrungs- und Nahrungsergänzungsmitteln, Futtermitteln und Kosmetika.

Demgemäß betrifft die vorliegende Erfindung auch die Verwendung einer oben

20 beschriebenen Vorrichtung zur Durchführung von katalytischen Tests, insbesondere zur Analyse mit Infrarot-Thermographie und wenigstens einer weiteren Analysemethode, an Bausteinen einer Materialbibliothek.

Der im Rahmen der vorliegenden Erfindung verwendete Begriff "Materialbibliothek" bezeichnet dabei eine Anordnung mindestens zweier, vorzugsweise bis zu

25 10, weiter bevorzugt bis zu 100, insbesondere bis zu 1000 und weiter bevorzugt bis zu 100.000 Bausteine, die sich in mindestens zwei verschiedenen, voneinander getrennten Reaktionskammern des Reaktorelements befinden.

Der Begriff "Baustein" bezeichnet eine einzelne definierte Einheit, die sich in den jeweiligen voneinander getrennten Reaktionskammern des Reaktorelements befindet, und die aus einer oder mehreren Komponenten bestehen kann.

- 5 Vorzugsweise handelt es sich bei den zu testenden Bausteinen im obigen Sinne um nicht gasförmige Substanzen, wie zum Beispiel Feststoffe, Flüssigkeiten, Sole, Gele, wachsartige Substanzen oder Substanzmischungen, Dispersionen, Emulsionen, Suspensionen und Feststoffe, besonders bevorzugt Feststoffe. Dabei kann es sich im Rahmen der erfindungsgemäß eingesetzten Bausteine um molekulare und nicht-molekulare chemische Verbindungen bzw. Formulierungen, bzw. Gemische bzw. Materialien handeln, wobei der Begriff "nicht-molekular" Substanzen definiert, die kontinuierlich optimiert bzw. verändert werden können, im Gegensatz zu "molekularen" Substanzen, deren strukturelle Ausprägung sich lediglich über eine Variation von diskreten Zuständen, also beispielsweise der Variation eines Substitutionsmusters, verändern lassen.
- 10
- 15

- Die Bausteine innerhalb der Materialbibliothek können untereinander gleich oder verschieden sein, wobei letzteres bevorzugt ist; bei einer Optimierung von Test- bzw. Reaktions- oder Prozessparametern ist es jedoch auch gut möglich, dass die Substanzbibliothek zwei oder mehr gleiche Substanzen umfasst bzw. ausschließlich aus identischen Substanzen besteht.
- 20

- Die erfindungsgemäßen Vorrichtung gewährleistet somit eine vollständige Zugänglichkeit der Katalysatorproben unter Reaktionsbedingungen durch eine Thermokamera bei gleichzeitiger vollständiger physikalischer Abschirmung der Umgebung vom Reaktionsgas. Weiterhin schirmt sie die Wärmestrahlung des Vorrichtungsmaterials, welche die Temperaturunterschiede zwischen Katalysatormaterial und Umgebung überlagert, weitestgehend ab.
- 25

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung (Reaktor) ist es möglich, gleichzeitig zwei oder mehr Analysenmethoden wie beispielsweise Thermographie und eine weitere Methode, wie beispielsweise Massenspektrometrie, GC oder GC-MS, für einen katalytischen Test anzuwenden.

5

Mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist es somit möglich, durch Einsatz der Thermokamera schnell aktive Bausteine, z.B. Katalysatoren durch Nachweis einer Temperaturänderung zu identifizieren und in einem zweiten Schritt durch Einsatz von beispielsweise Massenspektrometrie oder Gaschromatographie selektiv die
10 Produkte im Abstrom dieser Bausteine, z.B. Katalysatoren zu bestimmen und zu quantifizieren. Auf diese Weise können in kürzester Zeit wesentlich mehr Katalysatoren getestet werden als mit den bisher veröffentlichten Methoden.

Eine Ausführungsform der vorliegende Erfindung wird nun anhand der angefüg-
15 ten Zeichnung verdeutlicht.

Figur 1 zeigt eine schematische Anordnung der erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Durchführung katalytischer Tests.

20 Wie dargestellt, wird das Reaktionsgas (30) dem Gasraum (22) des Reaktorelements (10) durch eine Gaseinlasseinheit (14) zugeführt. Über den Gasraum (22) verteilt sich das Reaktionsgas (30) über die Pluralität der Reaktionskammern (16). Innerhalb jeder Reaktionskammer befindet sich die zu testende Katalysatorprobe in geeigneten Aufnahmen (nicht dargestellt). In den Reaktionskammern (16) rea-
25 giert das Reaktionsgas (30) mit den Katalysatorproben und strömt anschließend aus den Reaktionskammern (16) in die Kanäle (20) innerhalb der Restriktionseinheit (18), welche von den Reaktionskammern (16) ausgehend in Richtung der Abgaseinheit (32) vertikal verlaufen. Die Restriktionseinheit (18) weist neben den

Kanälen (20) eine Heizeinheit (28) auf. Das von den Reaktionskammern (16) abströmende Gas (Produktabstrom) wird in einem Abgasraum (42) gesammelt und durch eine Gasauslasseinheit (36) aus der Abgaseinheit (32) abgeführt.

- 5 Die Abgaseinheit (32) ist weiterhin mit Membranen (34) versehen, durch welche mittels einer positionierbaren Sonde (40) selektiv auf den Produktabstrom eines Kanals (20) zugegriffen werden kann.

- 10 Auch ist es möglich, dass die Sonde (40) direkt in einen einzelnen Kanal der Kanäle (20) eingefahren wird, um auf den Produktabstrom dieses einzelnen Kanals direkt zugreifen zu können.

Die positionierbare Sonde (40) ist durch Verbindungsmittel (46) mit der Analyseneinheit (44) verbunden.

15

- Die erfindungsgemäße Vorrichtung (12) weist auch eine Thermokamera (26) auf, welche sich auf der den Reaktionskammern (16) zugewandten Seite des Reaktorelements (10) befindet. Das Reaktorelement (10) ist durch eine Maske (38) in Richtung der Thermokamera (26) abgedeckt. Diese Maske (38) wird in Richtung Thermokamera (26) durch eine IR-transparente Abdeckung (24) abgedeckt. Die Thermokamera (26) steht über Verbindungsmittel (nicht dargestellt) mit einer Datenverarbeitungsanlage (nicht dargestellt) der Analyseneinheit (44) in Kontakt.
- 20

- 25 Diese Datenverarbeitungsanlage (nicht dargestellt) der Analyseneinheit (44) wertet die Messergebnisse von der Thermokamera (26) aus und verfährt die positionierbare Sonde (40) an die Kanäle (20) welche mit solchen Reaktionskammern (16) verbunden sind, in denen wiederum aktive Katalysatoren durch die Thermokamera (26) identifiziert wurden. Durch die Sonde (40) wird auf den Produkt-

strom eines der aktiven Katalysatoren zugegriffen und im Anschluss die darin enthaltenen Produkte mit einer oder mehreren Analysemethoden analysiert.

Bezugszeichenliste:

	10	-	Reaktorelement
5	12	-	erfindungsgemäße Vorrichtung
	14	-	Gaseinlasseinheit
	16	-	Reaktionskammern
	18	-	Restriktionseinheit
	20	-	Kanäle
10	22	-	Gasraum
	24	-	IR-transparente Abdeckung
	26	-	Thermokamera
	28	-	Heizeinheit
	30	-	Reaktionsgas
15	32	-	Abgaseinheit
	34	-	Membran
	36	-	Gasauslasseinheit
	38	-	Maske
	40	-	positionierbare Sonde
20	42	-	Abgasraum
	44	-	Analyseneinheit
	46	-	Verbindungsmittel

Patentansprüche

1. Vorrichtung (12), zum gleichzeitigen und/oder subsequenten Durchführen von wenigstens zwei katalytischen Tests, mit einem Reaktorelement (10),
5 aufweisend wenigstens eine Gaseinlasseinheit (14), eine Pluralität von Reaktionskammern (16) sowie wenigstens eine Restriktionseinheit (18), wobei die wenigstens eine Restriktionseinheit (18) derart gestaltet ist, dass sie eine Pluralität von Kanälen (20) aufweist, welche derart angeordnet sind, dass wenigstens eine Reaktionskammer (16) mit wenigstens einem Kanal (20) der wenigstens einen Restriktionseinheit (18) in unmittelbaren Kontakt steht.
10
2. Vorrichtung (12) nach Anspruch 1, bei welcher die Pluralität von Kanälen (20) gleiche Geometrie aufweisen, wobei die Geometrie wenigstens durch
15 die Länge und den Querschnitt der Kanäle (20) bestimmt ist.
3. Vorrichtung (12) nach Anspruch 1, bei welcher die Pluralität von Kanälen (20) unterschiedlich Geometrie aufweisen, wobei die Geometrie wenigstens durch die Länge und den Querschnitt der Kanäle (20) bestimmt
20 ist.
4. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei welcher wenigstens ein Kanal der Kanäle (20) wenigstens eine Kapillare aufweist.
- 25 5. Vorrichtung (12) nach Anspruch 4, bei welcher die wenigstens eine Kapillare austauschbar mit dem wenigstens einen Kanal der Kanäle (20) verbunden ist.

6. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei welcher die wenigstens eine Restriktionseinheit (18) unabhängig von den anderen Vorrichtungsbestandteilen austauschbar ist.
- 5 7. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei welcher die wenigstens eine Gaseinlasseinheit (14), derart angeordnet ist, dass das einströmende Gas radial in den Gasraum (22) über der Pluralität von Reaktionskammern (16) verteilt wird.
- 10 8. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei welcher wenigstens eine Gasauslasseinheit (36), derart angeordnet ist, dass das sich im Abgasraum (42) befindliche Gas radial aus dem wenigsten einen Abgasraum (42) abgeführt wird.
- 15 9. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, welche wenigstens eine IR-transparente Abdeckung (24) aufweist.
- 20 10. Vorrichtung nach einem der vorgehenden Ansprüche, welche als IR-transparente Abdeckung (24) ein Silizium-Wafer aufweist, welcher zwischen der Pluralität von Reaktionskammern (16) und wenigstens einer Thermokamera (26) angeordnet ist.
11. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, welche wenigstens eine Maske (38) mit einer gleichmäßige IR-Emissivität aufweist.

12. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, bei welcher die wenigstens eine Restriktionseinheit (18) wenigstens eine Heizeinheit (28) aufweist.
- 5 13. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, welche wenigstens eine Abgaseinheit (32) mit einer Pluralität von Membranen (34) aufweist.
- 10 14. Vorrichtung (12) nach einem der vorhergehenden Ansprüche, welche mindestens eine positionierbare Sonde (40) aufweist.
- 15 15. Verwendung einer Vorrichtung (12) gemäß einem der Ansprüche 1 bis 14 durch Durchführung von katalytischen Tests, insbesondere zur Analyse mit Infrarot-Thermographie und wenigstens einer weiteren Analysemethode, an Bausteinen einer Materialbibliothek.

Zusammenfassung

- Vorrichtung zum gleichzeitigen und/oder subsequenten Durchführen von wenig-
- 5 stens zwei katalytischen Tests, mit einem Reaktorelement, aufweisend wenigstens
eine Gaseinlasseinheit, eine Pluralität von Reaktionskammern sowie wenigstens
eine Restriktionseinheit, wobei die wenigstens eine Restriktionseinheit derart ge-
staltet ist, dass sie eine Pluralität von Kanälen aufweist, welche derart angeordnet
sind, dass wenigstens eine Reaktionskammer mit wenigstens einem Kanal der
- 10 wenigstens einen Restriktionseinheit in unmittelbaren Kontakt steht.

Figur 1

